

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété
Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
4 janvier 2001 (04.01.2001)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 01/00756 A1

(51) Classification internationale des brevets:
C10M 175/00

(74) Mandataire: COURNARIE, Michèle; Cabinet Loyer, 78,
avenue Raymond Poincaré, F-75116 Paris (FR).

(21) Numéro de la demande internationale:
PCT/FR00/01705

(81) États désignés (national): AU, CA, CZ, EE, IL, IN, JP,
KR, LT, LV, MA, MX, PL, SK, TR, US.

(22) Date de dépôt international: 21 juin 2000 (21.06.2000)

(84) États désignés (régional): brevet européen (AT, BE, CH,
CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT,
SE).

(25) Langue de dépôt: français

(26) Langue de publication: français

Publiée:

Avec rapport de recherche internationale.

(30) Données relatives à la priorité:
99/08021 23 juin 1999 (23.06.1999) FR

(71) Déposant et

(72) Inventeur: DEUTSCH, Richard [FR/FR]; 2, rue Manet,
F-78290 Croissy (FR).

*En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abrévia-
tions, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et
abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de
la Gazette du PCT.*

(54) Title: METHOD FOR DECONTAMINATING WASTE SEMI-SYNTHETIC OR SYNTHETIC MINERAL OILS

(54) Titre: PROCÉDE DE DECONTAMINATION DES HUILES MINÉRALES SEMI-SYNTHÉTIQUES ET SYNTHÉTIQUES
USAGÉES

(57) Abstract: The invention concerns a method for decontaminating waste lubricating oils which consists in: a) pouring the oils to be treated in a container, adding thereto 1-2 wt. % of glycol, heating at 60 °C, stirring and allowing to cool and decanting; b) drawing the aqueous phase, adding to the oily phase a chelating agent, in sodium solution with a pH < 7, preferably pH 6, bringing to 60-80 °C, stirring for at least one hour, then centrifuging; c) adding to the oily phase a coagulating agent; d) adding to the oily phase barium hydroxide in water to precipitate the sulphate and phosphate ions in the form of barium sulphate and phosphate which is separated; e) performing a fractionated distillation to recuperate the basic constituents of the oils, and optionally carrying out a discoloration of the resulting products.

(57) Abrégé: L'invention concerne un procédé de décontamination des huiles de lubrification usagées, où: a) on met les huiles à traiter dans un récipient, on leur ajoute 1-2 % en poids de glycol, on chauffe à 60 °C, on agite puis on laisse refroidir et décant; b) on soutire la phase aqueuse, on ajoute à la phase huileuse un agent chélatant, en solution sodée à un pH < 7, de préférence pH 6, on porte à 60°-80 °C, on agite au moins une heure, puis on centrifuge; c) on ajoute à la phase huileuse un coagulant; d) on ajoute à la phase huileuse de l'hydroxyde de baryum dans de l'eau pour faire précipiter les ions sulfate et phosphate sous forme de sulfate et de phosphate de baryum que l'on sépare; e) on effectue une distillation fractionnée pour récupérer les constituants de base des huiles, et éventuellement une décoloration des produits ainsi obtenus.

WO 01/00756 A1



.

.

.

.

PROCEDE DE DECONTAMINATION DES HUILES MINERALES SEMI-SYNTHETIQUES ET SYNTHETIQUES USAGEES

La présente invention concerne un procédé qui permet de décontaminer
5 les huiles de lubrification modernes par l'extraction des métaux lourds, des composés soufrés et des composés phosphatés.

Les huiles de lubrification ont subi une très forte évolution ces quinze dernières années. Cette évolution est principalement due à l'augmentation des performances des moteurs thermiques mis en service
10 ces dernières années.

Il y a quelques dizaines d'années, la lubrification était faite par une huile de base simplement extraite par distillation d'un pétrole brut en raffinerie.

Très rapidement les performances lubrifiantes ont été augmentées par des additifs. Une nouvelle augmentation de performances a été obtenue
15 par l'adjonction de nouveaux additifs, notamment des polymères qui ont pour fonction d'épaissir l'huile à haute température.

Une autre augmentation de performances a été obtenue en ajoutant des huiles de synthèse de type polyalphaoléfine. Ces huiles de synthèse
20 permettent d'abaisser notablement le point de congélation des huiles lubrifiantes (jusqu'à -50°C , si nécessaire).

Les huiles de lubrification modernes sont composées actuellement:

- d'huile minérale dite huile de base,
- d'huiles minérales ayant subi un traitement d'hydrogénation, qui en fait
25 des huiles à haut indice de viscosité,
- d'huiles de synthèse de type polyalphaoléfine,

- d'additifs.

Après utilisation, les performances de lubrification des huiles sont très dégradées ce qui nécessite le changement de ces huiles.

Les huiles de lubrification usagées proviennent principalement de l'opération de vidange des moteurs d'automobiles. Ces huiles usagées sont extrêmement toxiques et une loi impose leur collecte et leur élimination en centres agréés dans toute l'Europe et les pays Nord-Américains.

L'huile usagée, dite aussi huile de vidange des moteurs, se compose des ingrédients précédents auxquels viennent s'ajouter les souillures dues au fonctionnement des moteurs aux températures d'utilisation (plus de 300°C). En fait, cette huile contient des constituants volatils (eau, essence, gazole), des composés solubles dans l'huile formés par oxydation (résines, savons métalliques, additifs d'indice de viscosité, composés organo-métalliques), des composés insolubles dans les huiles (particules de carbone, poussières atmosphériques, métaux, oxydes métalliques, oxydes de plomb maintenus en suspension par les détergents additionnés aux huiles), des additifs renfermant un métal, des additifs dispersants, des additifs sans cendre, des additifs antioxydants et anti-corrosifs, des métaux provenant de canalisations ou de raccords (fer, cuivre, plomb), de coussinets (argent, cadmium), ou de carburants (plomb tétraéthyle, entre autres).

La liste des produits cités n'est pas limitative mais donnée à titre d'exemple. Les descriptions sont communiquées à titre illustratif mais non limitatif.

L'huile s'altère et se colore par action oxydante dans les moteurs, par formation de vernis colorés et sous l'action du soufre.

La régénération et le recyclage de ces huiles ont été une industrie florissante jusqu'au début des années 1990, qui s'est dégradée du fait de la présence dans les huiles de vidange des polymères qui ont rendu la redistillation très complexe.

- 5 En effet, au cours de l'opération de redistillation de ces huiles de vidange, l'évaporation de la phase huileuse laisse les polymères seuls au fond de la colonne de distillation.

Tant que ces polymères sont dans la colonne de distillation à une température supérieure à 150°C, ils restent en phase liquide, mais dès
10 qu'ils sortent de la colonne de distillation et qu'ils entrent dans un échangeur thermique, ils se solidifient et, à une température inférieure à 100°C, ils bloquent tout le processus de distillation.

Ce phénomène de prise en masse des polymères dans les échangeurs thermiques a amené la fermeture ou l'arrêt d'exploitation de la plupart
15 des usines de régénération des huiles de vidange dans le monde.

Un autre phénomène a touché de plein fouet l'industrie de la régénération.

En effet, l'élimination des métaux lourds, des métalloïdes, des produits complexes, des goudrons, des résidus colloïdaux et d'autres contenus
20 dans les huiles usagées des moteurs est réalisée actuellement par action combinée de la chaleur, de l'acide sulfurique, des terres décolorantes, de la filtration, de la centrifugation, de la distillation.

Cette technique utilisant l'acide sulfurique commence à devenir illégale dans plusieurs pays européens (Espagne, Bénélux, Grande-Bretagne...),
25 ce qui entraîne l'arrêt des unités de régénération utilisant cette technique.

De plus, cette technique utilisant l'acide sulfurique en combinaison avec de très hautes températures de distillation amène la production de

produits aromatiques polynucléaires considérés comme cancérigènes, les autorités de tutelle imposant leur stricte limitation.

L'ensemble de ces faits produit la situation paradoxale suivante : les huiles de vidange qui sont composées de produits de plus en plus chers, et qui pourraient permettre par leur récupération des profits intéressants, sont actuellement dirigées vers l'incinération en cimenterie au lieu d'être recyclées.

De plus, les huiles minérales et synthétiques contenues dans les huiles de vidange gardent de bonnes qualités spécifiques après leur utilisation, car elles sont très stables thermiquement.

En outre, la technique de régénération actuelle utilisant de hautes températures de distillation (supérieures à 350°C) génère des phénomènes de craquage donnant une forte odeur à l'huile régénérée.

Cette forte odeur entraîne une décote importante du prix de vente de l'huile régénérée. Ces phénomènes de craquage génèrent aussi une coloration des huiles imposant un traitement de décoloration poussé sur des terres décolorantes, occasionnant un surcoût notable de production.

Ce surcoût notable est dû à la nécessité de retraiter et d'éliminer les terres décolorantes (de type argile activée) utilisées. Enfin, la mise en décharge après retraitement est de plus en plus problématique.

Compte tenu des investissements mis en jeu, il est important de mettre en œuvre un procédé permettant une meilleure valorisation du recyclage.

L'invention résout ce problème technique et économique par un procédé de décontamination des huiles de lubrification, contenant des huiles minérales et des huiles semi-synthétiques et synthétiques, usagées dites huiles de vidange, caractérisé par les étapes suivantes :

- a) on met les huiles à traiter dans un récipient, on leur ajoute de 1 à 2% en poids de glycol, on chauffe à 60°C, on agite puis on laisse refroidir et décant, pour que se constitue une phase aqueuse contenant le glycol et les produits phénoliques extraits de la phase huileuse ainsi que les matières en suspension et les restes d'huile de silicone éventuellement présente en tant qu'additif anti-mousse.
- b) on soutire la phase aqueuse, on ajoute à la phase huileuse un agent chélatant, en quantité stoechiométrique ou légèrement supérieure à la quantité stoechiométrique par rapport aux composés à éliminer dans l'étape, en solution sodée à un pH ne dépassant pas 7, de préférence à pH 6, on porte la température à 60°-80°C, on agite pendant au moins une heure, puis on centrifuge pour séparer de la phase huileuse la solution sodée contenant les métaux lourds chélatés extraits des huiles.
- c) on ajoute à la phase huileuse obtenue après centrifugation un coagulant, en quantité stoechiométrique ou légèrement supérieure à la quantité stoechiométrique par rapport aux composés à éliminer dans l'étape, en milieu aqueux acide pour extraire le fer, et on sépare la phase aqueuse obtenue,
- d) on ajoute à la phase huileuse de l'hydroxyde de baryum en suspension ou en solution, en quantité stoechiométrique ou légèrement supérieure à la quantité stoechiométrique par rapport aux composés à éliminer dans l'étape, dans de l'eau pour faire précipiter les ions sulfate et phosphate sous forme de sulfate et de phosphate de baryum que l'on sépare par décantation ou par centrifugation.

c

e) on effectue une distillation fractionnée pour récupérer les constituants de base des huiles, et éventuellement une décoloration des produits ainsi obtenus.

les étapes b et c et c et d pouvant être inversées à la condition que l'étape d soit effectuée postérieurement à l'étape b.

Avantageusement, l'étape b est répétée après l'étape c. De préférence, la décoloration de l'étape e est effectuée avec une argile.

Avantageusement, l'agent coagulant de l'étape c est choisi dans le groupe comprenant les hydroxydes de métaux trivalents, les amines et les polyamines, et l'acide utilisé pour amener le pH à une valeur acide est un acide organique ou un acide inorganique fort.

Lorsque les huiles de vidange proviennent uniquement de véhicules automobiles, c'est-à-dire lorsqu'elles n'ont pas été mélangées – pour des problèmes de transport – à d'autres huiles usagées d'origine industrielle, il est possible d'effectuer simultanément les étapes b et c, c'est-à-dire d'effectuer simultanément l'addition du chélatant et du coagulant.

Le problème de la décontamination des huiles usagées est le suivant : il faut éliminer les métaux, les métaux lourds, une partie ou la totalité des composés soufrés, les composés phosphatés, le chlore, les composés chlorés et les composés phénoliques.

Dans un procédé industriel de recyclage des huiles de vidange, lesdites huiles arrivent dans un camion de collecte, de type camion-citerne, et les huiles de vidange (ou usagées), sont alors transférées dans un réservoir de stockage.

Lors de leur collecte, ces huiles sont généralement mélangées à de l'eau (environ 4 à 5%).

A partir de ce réservoir, le processus de décontamination consiste à : reprendre par pompage les huiles usagées dans un réservoir cylindrique à embase conique, équipé d'un serpentín de chauffage et d'un moyen d'agitation de type hélice contrarotative ou air comprimé.

- 5 L'huile usagée est mélangée avec 1 à 2% de glycol pour éliminer les composés phénoliques. L'ensemble est porté à une température d'au moins 60°C, agité, puis laissé au repos pour obtenir une séparation des phases par décantation.

La phase aqueuse se positionne dans le bas du réservoir, c'est-à-dire dans
10 la partie conique, pourvue d'un robinet de soutirage ; cette phase aqueuse contient les glycols mélangés aux produits phénoliques et toutes les particules en suspension (fer, carbone, sable, etc...) qui se seront déposées, ainsi que l'huile de silicone (additif anti-mousse) résiduelle.

Cette phase aqueuse mélangée à ces composants est soutirée afin de ne
15 laisser que la phase huileuse dans le réservoir.

On procède alors à l'injection d'agents chélatants en solution aqueuse sodée et à un pH de 6 ou légèrement supérieur.

On amène l'ensemble à une température comprise entre 60°C et 80°C et on brasse pendant une heure au moins pour complexer les métaux lourds
20 (dont le zinc) par les agents chélatants.

A la fin de cette étape, l'ensemble est centrifugé afin de séparer l'huile des métaux lourds complexés qui sont dans la solution aqueuse.

Cette opération extrait entre 80 et 90% des métaux lourds tandis que le sodium neutralise le chlore.

Après centrifugation, la phase huileuse est dirigée dans un autre réservoir de type à fond conique. On ajoute alors, en faible quantité, un coagulant en milieu acide qui permet l'extraction du fer.

Le coagulant est choisi par exemple dans le groupe comprenant les hydroxydes de métaux trivalents, les amines et les polyamines et l'acide utilisé pour amener le pH à une valeur acide est un acide organique ou un acide inorganique fort.

Dans l'étape suivante, on ajoute de l'hydroxyde de baryum en suspension dans de l'eau, cet hydroxyde fait précipiter les ions phosphate et sulfate.

Il est à noter que l'utilisation de cet hydroxyde de baryum permet l'utilisation d'agents chélatants soufrés, car son action permet de contrôler le niveau de soufre résiduel dans les huiles, selon les desiderata du client final, qui peut exiger des niveaux de soufre résiduels dans l'huile variables, mais ne dépassant pas un seuil compris généralement entre 3000 et 3500 ppm.

L'ensemble est alors décanté ou centrifugé, ce qui permet d'obtenir une huile décontaminée pouvant être distillée par fractionnement.

La décontamination du fait de l'élimination du zinc et de ses dérivés permet une distillation d'autant plus facile à conduire que les phénomènes d'encrassement dus à la recombinaison du zinc avec les produits en fond de colonne sont éliminés. Si un degré supérieur de pureté de l'huile est exigé, on peut éventuellement recommencer une phase avec mélange d'agents chélatants, si nécessaire.

Suivant la composition des huiles traitées ou les spécifications du produit final désiré, les phases du traitement pourront être modifiées, par exemple le traitement par l'hydroxyde de baryum peut précéder la phase d'élimination des métaux lourds.

Un autre avantage de ce traitement de décontamination est qu'il permet de remplacer dans le traitement final, les terres décolorantes activées par une argile simple (bentonite et dérivés). L'avantage au niveau des coûts est considérable, une terre décolorante valant 6 à 8 fois le prix d'une
5 argile.

L'ensemble de ces opérations est nécessaire pour amener les huiles aux spécifications désirées par le marché.

De plus, cette décontamination opérée en phase initiale avant distillation, contrairement aux méthodes appliquées jusqu'alors, permet de préserver
10 l'unité de distillation et de conduire celle-ci à très basse température, ce qui permettra de ne pas induire de phénomène de craquage des polymères et donc de séparer ceux-ci de l'huile beaucoup plus facilement et d'obtenir un fractionnement beaucoup plus aisé à conduire.

REVENDEICATIONS

1. Procédé de décontamination des huiles de lubrification, contenant des huiles minérales et des huiles semi-synthétiques et synthétiques, usagées dites huiles de vidange, caractérisé par les étapes suivantes :

- a) on met les huiles à traiter dans un récipient, on leur ajoute de 1 à 2% en poids de glycol, on chauffe à 60°C, on agite puis on laisse refroidir et décanter, pour que se constitue une phase aqueuse contenant le glycol et les produits phénoliques extraits de la phase huileuse ainsi que les matières en suspension et les restes d'huile de silicone éventuellement présente en tant qu'additif anti-mousse,
- b) on soutire la phase aqueuse, on ajoute à la phase huileuse un agent chélatant en quantité stoechiométrique ou légèrement supérieure à la quantité stoechiométrique par rapport aux composés à éliminer dans l'étape, en solution sodée à un pH ne dépassant pas 7, de préférence à pH 6, on porte la température à 60°-80°C, on agite pendant au moins une heure, puis on centrifuge pour séparer de la phase huileuse la solution sodée contenant les métaux lourds chélatés extraits des huiles,
- c) on ajoute à la phase huileuse obtenue après centrifugation un coagulant, en quantité stoechiométrique ou légèrement supérieure à la quantité stoechiométrique par rapport aux composés à éliminer dans l'étape, en milieu aqueux acide pour extraire le fer, et on sépare la phase aqueuse obtenue,
- d) on ajoute à la phase huileuse de l'hydroxyde de baryum en suspension ou en solution, en quantité stoechiométrique ou légèrement supérieure à la quantité stoechiométrique par rapport aux composés à

éliminer dans l'étape, dans de l'eau pour faire précipiter les ions sulfate et phosphate sous forme de sulfate et de phosphate de baryum que l'on sépare par décantation ou par centrifugation.

- 5 e) on effectue une distillation fractionnée pour récupérer les constituants de base des huiles, et éventuellement une décoloration des produits ainsi obtenus.

les étapes b et c et c et d pouvant être inversées à la condition que l'étape d soit effectuée postérieurement à l'étape b.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que, si nécessaire,
10 l'étape b est répétée après l'étape c.

3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'étape b et l'étape c sont effectuées simultanément.

4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la décoloration de l'étape e est effectuée avec une argile.

- 15 5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que l'agent coagulant de l'étape c est choisi dans le groupe comprenant les hydroxydes de métaux trivalents, les amines et les polyamines, et l'acide utilisé pour amener le pH à une valeur acide est un acide organique ou un acide inorganique fort.



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.

PCT/FR 00/01705

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 C10M175/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C10M

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 97 26314 A (DEUTSCH RICHARD) 24 July 1997 (1997-07-24) the whole document ---	1-5
A	FR 2 735 785 A (CHAVET BERNARD) 27 December 1996 (1996-12-27) the whole document ---	1
A	EP 0 033 546 A (PHILLIPS PETROLEUM CO) 12 August 1981 (1981-08-12) the whole document ---	1
	-/--	

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

9 October 2000

Date of mailing of the international search report

16/10/2000

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Rotsaert, L

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/FR 00/01705

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	<p>DATABASE WPI Section Ch, Week 197507 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class H07, AN 1975-11613W XP002133686 & JP 49 075601 A (T OHKUBO), 22 July 1974 (1974-07-22) abstract</p> <p style="text-align: center;">----</p>	1
A	<p>WO 94 01519 A (EKOKEM OY AB ;LINDSJOE OLOF VERNER (FI); SAARIKOSKI HANNU SAKARI () 20 January 1994 (1994-01-20) the whole document</p> <p style="text-align: center;">----</p>	1
A	<p>DATABASE WPI Section Ch, Week 199308 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class H06, AN 1993-061872 XP002133687 & JP 05 009492 A (MITSUBISHI KAKOKI KAISHA), 19 January 1993 (1993-01-19) abstract</p> <p style="text-align: center;">----</p>	1-5
A	<p>CA 1 249 760 A (ALBERTA ALKALI PETROLEUMS LIMI) 7 February 1989 (1989-02-07) the whole document</p> <p style="text-align: center;">-----</p>	1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR 00/01705

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 9726314 A	24-07-1997	FR 2743570 A	18-07-1997
FR 2735785 A	27-12-1996	CA 2222704 A	09-01-1997
		EP 0835298 A	15-04-1998
		ES 2125208 T	01-03-1999
		WO 9700928 A	09-01-1997
		NO 976008 A	23-02-1998
		US 6072065 A	06-06-2000
EP 0033546 A	12-08-1981	US 4287049 A	01-09-1981
		AU 519860 B	24-12-1981
		AU 6548480 A	13-08-1981
		BR 8100087 A	11-08-1981
		CA 1142121 A	01-03-1983
		DK 49481 A	06-08-1981
		ES 499029 D	01-12-1981
		ES 8200918 A	16-02-1982
		FI 810313 A	06-08-1981
		GB 2068998 A	19-08-1981
		GR 73828 A	04-05-1984
		JP 56110797 A	02-09-1981
		NZ 195905 A	10-05-1983
		ZA 8007718 A	30-12-1981
JP 49075601 A	22-07-1974	JP 953641 C	31-05-1979
		JP 53021006 B	30-06-1978
WO 9401519 A	20-01-1994	FI 90252 B	30-09-1993
		AU 4502893 A	31-01-1994
JP 5009492 A	19-01-1993	NONE	
CA 1249760 A	07-02-1989	NONE	



A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 7 C10M175/00

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTEDocumentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
CIB 7 C10M

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)
EPO-Internal, WPI Data**C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS**

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	WO 97 26314 A (DEUTSCH RICHARD) 24 juillet 1997 (1997-07-24) le document en entier ---	1-5
A	FR 2 735 785 A (CHAVET BERNARD) 27 décembre 1996 (1996-12-27) le document en entier ---	1
A	EP 0 033 546 A (PHILLIPS PETROLEUM CO) 12 août 1981 (1981-08-12) le document en entier ---	1
	--- -/-	

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

- *A* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- *E* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- *L* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- *O* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- *P* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

T document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

X document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

Y document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

Z document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

9 octobre 2000

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

16/10/2000

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentiaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Rotsaert, L

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale No

PCT/FR 00/01705

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	<p>DATABASE WPI Section Ch, Week 197507 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class H07, AN 1975-11613W XP002133686 & JP 49 075601 A (T OHKUBO), 22 juillet 1974 (1974-07-22) abrégé</p> <p>----</p>	1
A	<p>WO 94 01519 A (EKOKEM OY AB ;LINDSJOE OLOF VERNER (FI); SAARIKOSKI HANNU SAKARI ()) 20 janvier 1994 (1994-01-20) le document en entier</p> <p>----</p>	1
A	<p>DATABASE WPI Section Ch, Week 199308 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class H06, AN 1993-061872 XP002133687 & JP 05 009492 A (MITSUBISHI KAKOKI KAISHA), 19 janvier 1993 (1993-01-19) abrégé</p> <p>----</p>	1-5
A	<p>CA 1 249 760 A (ALBERTA ALKALI PETROLEUMS LIMI) 7 février 1989 (1989-02-07) le document en entier</p> <p>-----</p>	1

RAPPORT RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale No

PCT/FR 00/01705

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 9726314	A	24-07-1997	FR 2743570 A	18-07-1997
FR 2735785	A	27-12-1996	CA 2222704 A	09-01-1997
			EP 0835298 A	15-04-1998
			ES 2125208 T	01-03-1999
			WO 9700928 A	09-01-1997
			NO 976008 A	23-02-1998
			US 6072065 A	06-06-2000
EP 0033546	A	12-08-1981	US 4287049 A	01-09-1981
			AU 519860 B	24-12-1981
			AU 6548480 A	13-08-1981
			BR 8100087 A	11-08-1981
			CA 1142121 A	01-03-1983
			DK 49481 A	06-08-1981
			ES 499029 D	01-12-1981
			ES 8200918 A	16-02-1982
			FI 810313 A	06-08-1981
			GB 2068998 A	19-08-1981
			GR 73828 A	04-05-1984
			JP 56110797 A	02-09-1981
			NZ 195905 A	10-05-1983
			ZA 8007718 A	30-12-1981
JP 49075601	A	22-07-1974	JP 953641 C	31-05-1979
			JP 53021006 B	30-06-1978
WO 9401519	A	20-01-1994	FI 90252 B	30-09-1993
			AU 4502893 A	31-01-1994
JP 5009492	A	19-01-1993	AUCUN	
CA 1249760	A	07-02-1989	AUCUN	

